# REST AVAILABLE COPY

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

60-022913

(43) Date of publication of application: 05.02.1985

(51)Int.CI.

B01D 39/20

(21)Application number: 58-129631

(71)Applicant: NIPPON SEISEN KK

(22)Date of filing:

15.07.1983

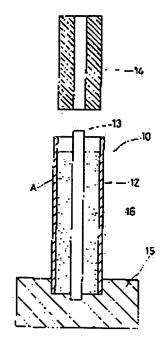
(72)Inventor: ISHIBE HIDEOMI

### (54) FILTER MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a filter medium of sintered fine metallic powder with low pressure loss which is suitable for the filtration of a high-viscosity liquid, high precision, and an excellent filtration life by forming a gentle density gradient between one filtration surface and the other filtration surface.

CONSTITUTION: A cylindrical mold 12 is inserted into a recess of a base stand 15, and a mold 13 is installed with a clearance 16. Fine metallic powder A is packed into the clearance 16, and compressed by a die 14. The pressure is regulated to about 200W2,000kg/cm2. The compression-molded body is heated to a temp. below the m.p. of the fine powder A, and sintered under a nonoxidizing atmosphere. At this time, if an elastic



deformation property is provided to the mold 12, the mold can easily be expanded and contracted by the horizontal pressure of the die 14, and the fine powder is dispersed coarsely in the vicinity of the wall surface. Accordingly, the fine powder can be packed densely at the central part which remains almost unchanged. The die 12 is made of Monel metal, etc.

### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

### (19) 日本国特許庁 (JP)

⑩特許出願公開

# ⑩公開特許公報(A)

昭60-22913

⑤Int. Cl.<sup>4</sup>
B 01 D 39/20

識別記号

庁内整理番号 8314-4D **劉公開** 昭和60年(1985)2月5日

発明の数 2 審査請求 未請求

(全 10 頁)

### **匈**濾材及びその製造方法

顧 昭58-129631

②出 願 昭58(1983)7月15日

⑫発 明 者 石部英臣

の特

京都府相楽郡南山城村大字北大河原小字釜の子29-351

⑪出 願 人 日本精線株式会社

大阪市東区高麗橋 5 丁目45

⑩代 理 人 弁理士 苗村正

### 明細響

- 1. 発明の名称 雄材及びその製造方法
- 2. 特許請求の範囲
- (1) 金属微細粉を用いた焼結体からなり、かつその一方の濾過面から他方の濾過面の間出なだらかに変化する密度の勾配が形成されていることを特徴とする磁材。
- (2) 前記焼結体は、内外面に濾過面を有する筒状をなす特許請求の範囲第1項記載の歳材。
- (3) 前配密度の勾配は、一方の濾過面側に設ける密な部分から他方の濾過面側に設ける粗な部分の間でなだらかに変化することを特徴とする特許 構求の範囲第2項記載の違材。
- (4) 前配密度の勾配は、中央部の密な部分から 両側の越過面に設ける粗な部分の間でなだらかに 変化することを特徴とする特許請求の範囲第2項 記載の嫌材。
- (5) 金属微細粉は、金属短繊維からなる特許情求の範囲第1項記載の態材。
  - (6) 金属微細粉は、金属短硫維とアトマイズ粉

末との混合したものからなる特許請求の範囲第1 項記載の機材。

- (7) 一対の型具を間隙を有して対置した金型を 具え、かつ少なくとも一方の型具に外方に膨縮し うる弾性変形性を付与するとともに、前記間隙に 金属微細粉を充塡する一方、核金属微細粉を、前 記間隙に沿い下降する押型によって、圧縮成形し、 その後燒精することを特徴とする値材の製造方法。
- (8) 前記型具が簡状の外型と、輸状をなしその 内部に挿入される内型とからなる特許請求の範囲 第7項記載の雄材の製造方法。
- 3. 発明の詳細な説明

本発明は、金属微細粉の焼結体からなる違材に 関し、さらに詳しくは、その濾過面間でなだらか な密度の勾配が形成された違材とその製造方法に 関する。

精密は適用の値材は、多種な分野において近年益々多用されつつある。例えば合成繊維の製造分野において、その紡糸作業のばあいについて説明すると、合成繊維は、数百度に加熱、溶融したボ

リマーを紡糸口金を通して引出すことにより紡糸 されるが、ポリマーには通常ゲルと呼ばれる不均 一な重合体や固形の汚染粒子などの微細な不掩物 が含まれており、不施物が混在した状態で紡糸作 集するとこれら不能物が紡糸口金の小孔に詰り織 維切れや、局部的に弱い個所を含んだ繊維ができ やすい。従って、作業性を高めかつ品質を向上す る為には、これら不植物は紡糸作業前に除去され なければならない。従来その除去のために、耐熱 性に優れた金属繊維、微粉末等を焼結した板状等 の滅材を使用してきたが、かかる作業において遮 過能率、精度を一敗と向上するには、繊維径や健 過径の異なる複数層の健材を順次多段に積層焼結 した複合複材を用いるのがよいことが知られてい る。なお復合値材は、媒通径の大きい部分を、処 理液導入側に向けて取付け、比較的大きな不純物 は上流側でとらえることによって濾過作業性を向 上させることを意図するのである。

しかし濾過能の異なる雄材を多段に積層した従 来のものでは、密度が段階的に大となり第1図に 本発明は、かかる問題点の解決のために種々研究を重ねた結果、密度の境界部がなく、なだらかな句配を待った越材が越過性能、越過弥命という関面から望ましいことを見出し、完成したものであって、本発明は、ポリマー等の高粘性の処理液の越過に適した低圧損、高精度かつ越過疾命に優れた越材の提供を目的としている。

本発明は金属微細粉を用いた焼結体からなり、

かつその一方の越過面と他方の越過面との間にな だらかに変化する密度の勾配が形成されたことを 特徴とする違材及びその製造方法である。

ここで金属後細粉とは、鉄系、非鉄系の金属を 含み、粋にニッケル、ステンレス網、アルミニウ ム合金、黄銅などが好適に用いられ、繊維径15 0 µ以下でアスペクト比(L/D) 2 ~ 5 0 を持 つ金属短縮維等の繊維状のものの他、アトマイズ 粉末等の粒状体も用いっる。ここで金属短繊維と は、例えば本願出願人が先になした特顧昭55-93701号に係る、金属繊維を粒界腐食によっ て切断したもの、又同じく特顧昭58-9463 5 に係る「金属短轍維及びその製造方法」に基づ く、金属繊維の集束体を旋削等により切断したも の、溶融した金属を遺心力により飛散させること により短繊維状としたいわゆるペンダントドロッ プ法によるものの値、金属を種々の方法で切削し<sup>、</sup> て得た短額維などが使用される。またアトマイズ 粉末とは、溶融金属を噴霧することなどによって 微細化したものをいう。これら金属微細粉は、1

種の他、2種類以上のものの混合体、又異種材質 品等の混合体であってもよい。これらの金属微細 粉は、濃材の使用目的によって透ばれる。

雄材1は、このような金属微細粉のいわゆる焼 結体であり、例えば本実施例では第2図に示すご とく、細長の筒状に形成され、その外面がなすー 方の濾過面3と、内面である他方の濾過面4との 間には、金属微細粉は該雄材の半径方向になだら かに変化する密度の勾配が形成されている。

形成している。又密な部分 6 と粗な部分 7 との間は急激な密度の境界、改差がなく、なだらかに変化する前配密度の勾配が形成されている。なお本例ではその内面即ち越過面 4 側にきわめて小幅の粗な部分 9 を形成している。

なお密な部分 6 の内、中央部の最も高密度の部分の密度は充塡率で表記して、約 3 0 ~ 9 0 %程

度、又租な部分の部分の密度は同じく約20~6 0%程度であり、その間は前配のごとくなめらか に変化する。

又は材1は、第5図に示すごとく、密な部分6を壁体2の中央部にかつ内面側にやや近づけて小幅に配しその両側即ちは過面3、4側に設ける比較的広中の根な部分7、9に向かってなだらかに変化するごとく形成することもでき、又第6図に示すように小幅な密な部分6を遮過而4に近づけて設けるなど、その密度の勾配の形状、又各部分の密度値は用途に応じて選択できる。

さらに本発明の方法による値材1は、一定長さの両端関ロ又は片端関ロの円筒状、四角筒状、六角筒状等の非円筒状、さらには板状等、任意の形状に形成できる。

次に健材1の製造方法について説明する。

第7図は円筒状の旋材1を生産する場合の金型10を例示し、金型10は一対の型具12、13と押型14とを具えている。型具12は、円筒状の外型であって、基台15上面に設けた凹部に低

入され、又型具13はピン伏の中実軸体からなこと 内型であり、基台15に設ける穴部に改型具12とのでは、型具13は型具12と同心かつる。型具12との間に間際16を有して取付けられて致見、型は、本実施例では、比較を開いる。又会は、例えば、内径が8mのときにはないでは、の地区では、の地区では、の地区では、では、である。ないでは、である。というでは、形状は成材1の形状に応じて変化させっる。はの論である。

前配押型14は、リング状をなし、型具12、 13の上方から垂直に前配開降16に沿いかつ間 除16内に下降で8る。

前記間限16には金属数和粉入を充填する。金属数和粉入は予め粒子怪等を選定調合したのち金型10の間限16内に充填しかつ抑型14を所望の圧力で下降することにより金属数和粉入を圧縮成形する。

この時の押圧による型具12、13の受ける様 圧力は該型具の引張強さ以下、好ましくは、降状 点もしくは、比例限以下となる、例えば200~ 2000kg/cd程度で圧縮する。

次いでこの圧縮成形体を、額機翻粉 A の融点以下の温度に加熱し焼結する。この焼結は、無酸化雰囲気中で行うが、この焼結方法には、一旦常温中で高圧圧縮成形したのち、加熱炉中で焼結する方法や、加熱と圧縮を同時に行う同時焼結法が採用できる。

なお金型10は、圧縮又は焼結後、圧縮成形体 のみを残して、除去もしくは、取外しを行う。

その結果得られる焼結体は、第3~6図に示したごとく、各金属微額粉Aが互いに接触点において、金属関拡散により接合され、多数の微細な空陰を有した強固な焼結体となる。

前配第3図は、本実施例によって成形された健 材1の12倍の顕微額拡大写真であり、第4図は さらに第3図の中央から健過面3例付近までを1 00倍で観察したものであるがこの両写真を観る と速材 1 には、前記したごとく密な部分 6 、粗な部分 7 、 9 を具え、しかもなだらかに変化する密度の勾配が形成されていることが解かる。

この密度の勾配は、金型10の前記膨出機能に よって形成される。金属微細粉Aは通常表面に凹 凸を有するため、大きなカサ密度を持って前記金 型10内に粗に充獄されており、この状態の金属 微細粉 A を垂直方向から押型14で圧縮すると、 前配金属微細粉Aの密度も全体的に緻密となるが、 この際型具12は前記圧縮の力を受けて外方に膨 山し、その壁面に近い微細粉は、粗く分散される が、その中央部ではあまり影響を受けず、級密を 維持しており、しかもその力はなだらかに変化す る直線もしくは曲線状となる。その結果、濾過面 3 側には粗な部分 7 が、中央部に密な部分 6 が形 成され又型具13もやや縮小することによって纏 週面4側に粗な部分9が形成され、前記なだらか な密度の勾配が得られる。とくにこのような傾向 は真球状の粉末の場合よりも、からみやすく流動 性の乏しい形状の微細粉のばあいに顕著となる。

又金型10の材料としては、比較的軟らかい材質を用い、又源肉化することによって弾性変形性を行与する。なお弾性変形性は、成形条件に応じて種々変化させることができ、その条件により密な部分6と粗な部分7、9との分布、密度は自由に調整できる。なお弾性変形最は、例えば筒状の破材1のとき、圧縮成形によって約0.01~2%程度影縮するごとく設定する。例えば金型10の片面には軟らかい型具を、又他面には硬い剛な型

具を用いて圧縮すると、得られる圧縮成形体の密な部分 6 は、弾性変形によって、剛な型具側に偏る。なお粗な部分をある程度増すことによって不純物の補集容積を大きくでき、減材 1 としては、 優れたものとなる。

本発明は対向する型具間の材料の強度差、剛性 差を選択することによって密度の勾配を開整でき る。さらに密度の勾配は、金型の内面の仕上状態 等による金型10と金属微細粉Aとの摩擦抵抗も 影響する。

又金型 1 0 の材質として、金属微細粉 A と異なる材質のものを使用すると焼結や型具除去が容易になる。

本実施例では主として筒状態材について述べたが板状態材も同様の原理で容易に実施できうる。

叙上のごとく、本発明の態材は金属微細粉を用いた焼結体からなり、かつ一方の態過面から他方の態過面間になだらかに変化する密度の勾配が形成され、従って態材全体を有効に使用でき、濾過特性を改良する。又從来の密度の殷差を有する複

またその製造の方法も、金属微細粉からの圧縮、 焼結のみの短工程で得られ、顕密度、異線径の健 層の積層、焼結工程を省けるため、材料、製作の 手間を大巾に削減でき、コストを低減させるなど 多大の効果を奏する。

### 実施例1

### 1. 試料の作成

直径 3 5 µ m、アスペクト比 (L/D) 3 を有

するステンレス倒からなる金属短繊維の 6 0 %と、ステンレス倒アトマイズ粉末(メッシュー・2 0 0 +・2 5 0 ) の 4 0 %を混合して、金属微細粉とした。前記短繊維は、前記した、金属繊維の築東体を切削することにより得たものであり、表面に凹凸面が、又両端には、切削時の鈎が形成されていた。

このような金属微細粉を、第7図に示す内径 8 mm、肉厚 0.5 mmのモネル合金の型具 1.2 と、モネル線からなる直径 4 mmの型具 1.3 との間の間除 1.6 に一定最充域し、上方から 1.4.5 kg(圧力 5.2 0 kg/cm²)でプレスした。なお充域は流動性が悪いため少しづつ行いその間数回のプレスを行った。

一方、比較材として、粒径140μmのアトマイズド粉末を用いて200kgの力で圧縮し同様の圧縮成形体とした。なおその金型は工具鋼からなり、その外型は内径8mm、肉厚20mmのリング状をなす。

2 種類の圧縮成形体を、真空中 1 1 5 0 ° C で

3 0 分間の焼結を行ったのち両試料を炉中より取出して、それぞれ型材料を取除き第2 図に示すような、外径 8 mm、内径 4 mm、長さ 5 3 mmの円筒状の減材を得た。

### 2. 特性比较调查结果

### 1) 断面組織の比較

前記の結果得られた両値材試料の機断面の組織を12倍に拡大して第3関に、また35倍に拡大して第3関に、また35倍に拡大して第8関に示し、またさらに100倍に拡大して第4関、第9関に示す。

一般に遮材内部の粗大な空洞は精密遮材として は不要であり、できるたけ微細で均一な空洞を多 数有していることが理想である。

この写真を比較すれば第3関の実施例品1は、 比較例品に比べ、級密部では粗大な空洞の数が少なくしかも密度がなだらかに変化し、又空洞も微細であり、このような連材が特に高粘性液の特密 用雄材に適していることがわかる。

なお第3図においては、密な部分6が濾過面4 例に偏在しているがこれは前記したように、芯材

として直径 4 mm のモネル線を用いたのに対し、外 装のパイプは肉厚 0.5 mm であり加圧した際、強度 的に弱い越過面 4 側に広かったためである。内間 部においても、微細粉が、モネル線の縮小により 逃げが生じ小巾の粗な部分 9 を形成している。

### 2) 滤過特性

確材としての各特性の比較を、第1表及び第1 0~12図に示す。

第 1 表

	_			
試験項目	実施例品 1	比較例品		
遊材構造	(短越維60%+ アトマイズ粉40 %混合)	アトマイズ粉 のみ		
空险率 %	5 7 %	4 9 %		
バブルポイ ント圧 (転版) 初期 (P0) 交点 (P1)	2 8 0 3 7 6	2 5 3 3 5 8		
補集効率 (μm)	第10図に示す			
圧力損失	第11図に示す			
進過安命 (CC)	第12図に示す			

### (イ) 空隙率

空隙率は、比較例品に比べ、約8%も上回る57%と、従来の粉末焼結体の常識をこえた高い値が得られた。

空階率とは、雄材単位体積あたりの空隙体積の比率で定義されている。

### (ロ) パプルポイント圧

パプルポイント圧の測定はJIS規格BB356(健過粒度試験)に基づき行ったものであり、初期(P0)とは最初に気泡が発生したときの圧力を意味し、又交点(PI)とは該違過粒度試験における空気圧と空気波景の変化曲線で変化率の大きい部分の直線と小さい部分の直線の交点を意味する。今回の試験においては、P0、PIとも比較例を上回っており、より後細な空孔を持つことが認められる。

### (ハ) 補集効率

福集効率の測定にはコンタミナントとして、 A CPTD (平均粒径 7 μm) を、分散媒として蒸 溜水を用いて濃度 0.5 g / l で吸引圧力 - 3 0 ma Hgの条件下で透過テストを行ったものである。

その結果は、第10図に示されるが、図から明らかなごとく、実施例品1の越材はコンタミナントの補集制力は高く、例えば95%の補集効率を示す粒径は比較例12μmに対し実施例7.6μmであり、より高格度である。

### (ニ) 圧力損失

前記の試験を行う中で越材にかかる圧力の損失 を薦剤水の透過による圧力降下と流量率について 測定した結果を第11図に示す。この図を見ても 本実施例品1が比較例品に比べ低圧損であること がわかる。

### (水) 超過寿命

前記(ハ)補集効率の測定と同様なテストを、吸引圧力-40mHgで行った。この方法には一定時間の経過による採取しうる流量の変化について行いその結果を第12図に示しているが、比較例品の維材は20秒経過時に25 CC採取された後、曲線の急激な立上がりとなっている。採取され得た溶液も50 CCが最大でそれには約200秒を要

しており、比較的早く目づまりを起こしているが、 実施例品 1 では、約 2 倍の寿命があることがわか り、2 0 0 秒経過後にあっては 8 5 CCも採取され ている。

### 実施例2、3

他の実施例2、3を、前記実施例1、比較例と 対比して第2要に示す。実施例2では第5図、実 施例3では第6図に示す実施例品がえられ、夫々 健過特性は比較例品よりも低れていた。

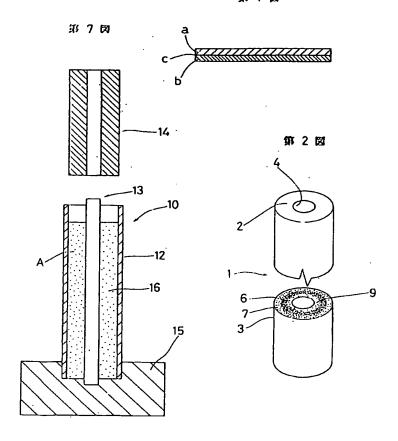
### 4. 図面の簡単な説明

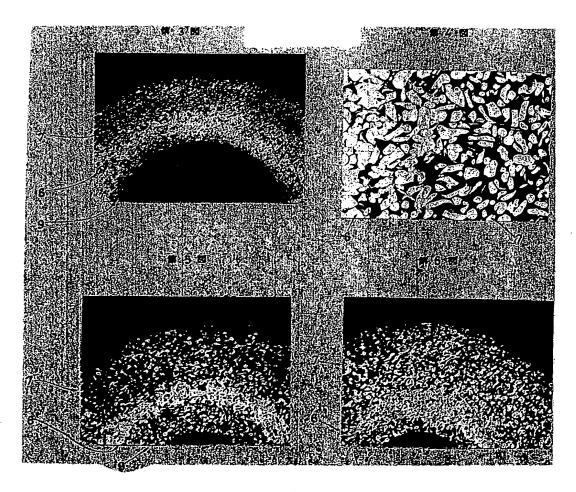
第1図は従来の複合鍵材を例示する断而図、 第2図は本発明の建材の一実施例を示す外観図、 第3図はその機断面顕微鏡写真、 第4図はその拡大機断而顕微鏡写真、 第5~6図は本発明の他の実施例品を示す機断面顕微鏡写真、 第7図は金型を例示する断面図、 第8図は比較例品を例示する機断面顕微鏡写真、 第9図はその拡大機断面顕微鏡写真、 第10~12図は健過特性を示す線図である。

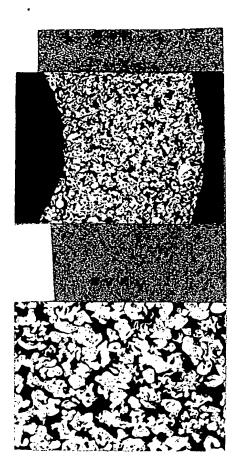
2 …壁体、 3 、4 …健遇面、 6 …密な部分、

7、9…粗な部分、 10…金型、

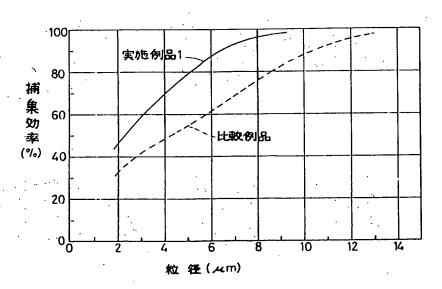
12、13…型具、 14…押型、 16…間隙。



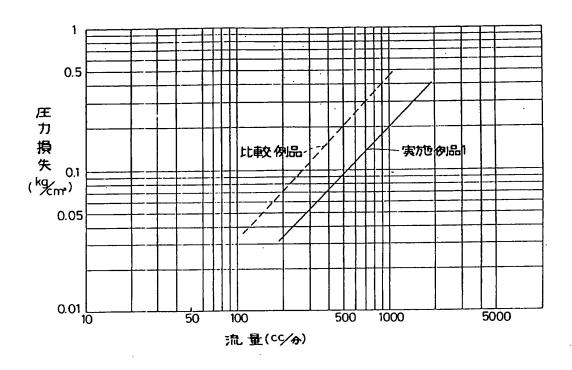




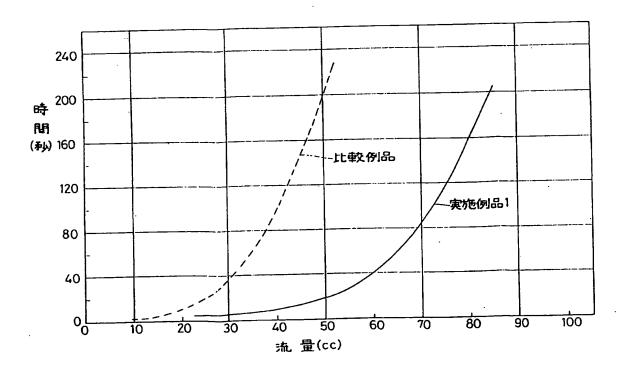
第10 图



क्रा। 🛭



剪 12 図



### 手統計正舊 (自發)

昭和58年8月12日

特 許 庁 县 官 若 杉 和 夫 阪

1. 事件の表示

昭和58年特許顧第129631号

2. 発明の名称 連材及びその製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出頭人

住 所 大阪市 東 区 高 麗 橋 5丁目45 ニッポンセイセン 日 本 精 線 株式会社

代表者 和田 角平

4. 代理人

住 所大阪市淀川区西中岛 4丁目2番2.6号 氏 名 (8296) 弁理士 苗

5. 補正により増加する発明の数

なし

58. 8. 15 出版指二級

(1) 明朝官の「発明の詳細な説明」の間(2) 委任状

7. 補正の内容 (1) 明報音の「第20頁」と「第21頁」との限り開始の「第2表」を 押入する。 (2) 委任伏を補充する。 58.8.15

8. 孫付書類の目録 (1) 明細書の「第2表」 (2) 委任状

### 2 丧

	実施例品 1	比較例品	実施例品 2	実施例品 3
使用金属微粉末	金属短統維 6:0 % 直径 3 5 μm アスペクト比 3 アトマイン粉 4 0 % メンシュ ー・200 ~ +・250 (直径60~70μm)	アトマイズ粉 *直径 1 4 0 µ m	アトマイズ粉直径130μm	アトマイズ桁 直径 130μm
金型 (型具12) 形状	简 伏	リング状	简 択	简 状
内径	8 mm	8 ==	8 mm	Вяя
肉厚	0. 5 **	20 m	0. 5 ==	1 ==
材質	モネル	S K D 1 1	モネル	モネル
(型具13) 形状	中実軸状	中実軸状	中実軸状	中実軸状
外径	4 ***	4 ===	2 **	2 ==
材質	モネル	モネル	モネル	モネル
加 庄 kg/cm²	.5 0 0	8 6 0	7 7 0	770
表示する図面	第3~4図	93.8 ~ 9 EØ	第 5 図	978 G EZI
密度の勾配	密な部分が内面近傍 に偏在	なし (均一)	密な部分が中央 近傍に存在	密な部分が内面近 傍に偏在

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ TIMES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.